

⑫ 公開特許公報 (A) 平4-117406

⑬ Int. Cl. 5

C 08 F 6/08

識別記号

MFM

庁内整理番号

8016-4J

⑬ 公開 平成4年(1992)4月17日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全5頁)

⑭ 発明の名称 ポリマー中の触媒除去装置

⑫ 特願 平2-235739

⑫ 出願 平2(1990)9月7日

⑭ 発明者	阿 部 一 雄	千葉県船橋市印内2-9-34
⑭ 発明者	森 則 雄	千葉県茂原市緑ヶ丘4-10-17
⑭ 発明者	松 尾 和 芳	千葉県千葉市椎名崎町905-1
⑭ 発明者	浜 口 明 春	千葉県市原市潤井戸1979-4
⑭ 発明者	草 野 学	茨城県鹿島郡神栖町知手中央8丁目13-4
⑭ 発明者	資 延 信 雄	茨城県鹿島郡神栖町知手中央5丁目1-34
⑭ 出願人	三井造船株式会社	東京都中央区築地5丁目6番4号
⑭ 出願人	株式会社 クラレ	岡山県倉敷市酒津1621番地
⑭ 代理人	弁理士 小川 信一	外2名

明細書

1. 発明の名称

ポリマー中の触媒除去装置

2. 特許請求の範囲

横型筒状装置本体の内部に攪拌室と静置分離室を交互に配置して該攪拌室と静置分離室とを邪魔板で仕切り、前記横型筒状装置本体の長手方向に攪拌軸を有する攪拌翼を該攪拌室に設けると共に前記静置分離室に静置分離槽を設けたことを特徴とするポリマー中の触媒除去装置。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明はポリマー中から触媒を除去するための装置に関する。

〔従来の技術〕

溶液重合等の重合反応器から取り出される、例えばポリマーと溶媒との混合物(以下、ポリマーセメントと呼ぶ)中には、アルミニウム、チタン、リチウム、ナトリウム等の重合触媒が含まれている。

これら重合触媒が製品ポリマー中に残存するとその品質の劣化を招くので、従来からポリマーセメントの水洗による重合触媒の除去が下記のような方法、装置で行われていた。

イ. 攪拌槽に一定量のポリマーセメントと洗浄温水を入れて長時間攪拌した後に攪拌を止め、ポリマーセメント層と洗浄温水を静置分離し、下層の温水を除去した後に新しい洗浄温水を再度攪拌槽に供給して再びポリマーセメントの洗浄、洗浄温水の静置分離を行い、以下同様な洗浄操作を繰り返す回分式洗浄方法。

ロ. ポリマーセメントおよび洗浄温水を連続的に静置型または攪拌型の混合槽に供給して混合し、次いで静置分離槽でポリマーセメント層から温水層を分離し、この分離した温水の一部をポリマーセメントの洗浄に循環使用する連続式洗浄方法。

ハ. 第4図に示すように、上記イ. で使用する回分式の攪拌槽21またはロ. の混合槽と、静置分離槽22の組合せを複数段、管路、ポンプ等

で連結した連続式洗浄方法。

〔発明が解決しようとする課題〕

上記従来の洗浄方法には、下記のような欠点があった。

イ. の方法では回分式で繰り返し洗浄することによって、ポリマー中の触媒量を数ppm以下の低濃度まで低下させることができある。

しかしながら、洗浄温水の供給、攪拌、静置分離、および洗浄温水層とポリマーセメント層の排出等の操作を回分式に繰り返すので操作が複雑であるばかりでなく、多くの手間と時間を必要とする。

また、大量の洗浄温水を必要とするので、ポリマー処理量に対して装置が大容量となり、かつ攪拌時間が長いのでポリマー処理量に対して電力消費量が多くなる。

ロ. の方法では、連続的にポリマー中の触媒を除去することができる。

しかし、ただ一段の洗浄のみであり、また排水の一部を循環使用するので触媒濃度を数ppm

以下の低濃度にすることが困難である。また、触媒除去量に対して電力の消費量も多い。

ハ. の方法では、触媒濃度が数ppm以下の低濃度になるまで連続的に触媒を除去することができるが、各槽を連結する配管、ポンプ、その他多くの機材が必要であり、装置の容量および製作コストが大きく、広い設置面積が必要である。また、ポリマー処理量に対して電力および洗浄水の消費量が多い。

すなわち、攪拌槽21に供給されるポリマーセメント23および洗浄温水24を強力に攪拌してポリマーと水を完全にエマルジョン化しないと、ポリマーと水の比重差が大きいのでポリマーセメントと洗浄温水との混合層25の均一な連続的移動が困難となり、従ってポリマー処理量に対して電力消費量が大きくなり、またエマルジョン化した水の量も多く、静置分離槽22での水の分離が困難となり、後の乾燥工程での水除去の負荷も大きくなる。

本発明はかかる従来の欠点を解消することを

目的とするものである。

〔課題を解決するための手段〕

上記目的を達成する本発明のポリマー中の触媒除去装置は、横型筒状装置本体の内部に攪拌室と静置分離室を交互に配置して該攪拌室と静置分離室とを邪魔板で仕切り、前記横型筒状装置本体の長手方向に攪拌軸を有する攪拌翼を該攪拌室に設けると共に前記静置分離室に静置分離槽を設けたことを特徴とするものである。

第1図は本発明の装置の実施例を示し、横型筒状装置本体1の内部に攪拌室2、静置分離室3、攪拌室2A、静置分離室3Aおよび攪拌室2Bと静置分離室3Bが交互に3段に設けられている。

また、攪拌室2、2A、2Bと静置分離室3、3A、3Bはそれぞれ邪魔板4、4A、4Bで仕切られており、装置本体1の長手方向に攪拌軸5を有する攪拌翼6、6A、6Bが攪拌室2、2A、2Bにそれぞれ設けられている。

更に静置分離室3、3A、3Bには、静置分

離槽8、8A、8Bがそれぞれ設けられている。

攪拌翼はモーター7によってそれぞれの攪拌室内で高速回転せしめられ、攪拌翼先端部と装置本体1の内壁との間隔は特に限定されないが、好ましくは、後述するような攪拌翼回転によってポリマーに与えられる剪断力とポリマーからの触媒分離性能とを考慮して最適の間隔を設定することができる。

なお、第1図では攪拌室と静置分離室を3段に設けた場合を示したが、ポリマーおよび触媒の種類等に応じて攪拌室と静置分離室の組合せ段数を適宜選択することができる。

また、攪拌室には複数の攪拌翼を設けることもでき、邪魔板には各空間の逆流を防止するための逆止弁を設けることもできる。

次にかかる本発明の装置の機能について述べる。

重合反応器(図示せず)から管路8を経てポリマーセメント(ポリマーと溶媒との混合物)を、また管路9を介して洗浄温水をそれぞれ攪

搅拌室2に供給すると共に搅拌翼6を高速回転せしめる。

すると搅拌室2内のポリマーセメントと洗浄温水との混合物は搅拌翼6により搅拌混合されて搅拌翼6による強力な剪断力が与えられ、ポリマー中の金属触媒は洗浄温水中に陽イオンの形で溶解してポリマー中からの触媒の除去がなされる。

搅拌室6で混合、形成されたポリマーセメントと洗浄温水との混合物は、邪魔板4を越えて静置分離室3に自動的に流入し、静置分離槽8で温水層9とポリマーセメント層10に静置、分離され、温水層9は排水管11Aから定期的に洗浄排水として排出される。

次にポリマーセメント層10は、一部のエマルジョン化した水と共に邪魔板4Aを越えて次の搅拌室2Aに流入し、管路9Aから供給される新しい洗浄温水と前記搅拌室2におけると同様に搅拌翼6Aにより剪断力を受けて搅拌混合され、更に触媒が除去された後に、静置分離槽8

Aで温水層9Aが静置、分離され、排水管11Aから排出される。一方、分離されたポリマーセメント層10Aは、前記同様に邪魔板4Bを越えて搅拌室2Bに流入し、同様に搅拌翼6Bによる搅拌混合と静置分離槽8Bにおける静置、分離を受け、洗浄温水が排水管11Bから排出されると共に、触媒濃度が数ppm以下の低濃度に低下したポリマーセメント10Bが排出管12から得られる。

具体的にヘキサンを溶剤としてイソブレンポリマーの重合を実施して得られたポリマー濃度15%のポリマーセメントを、本発明の装置を用いて洗浄を行った例(実施例)および従来の回分式脱触媒装置(従来の技術イ.)を用いて洗浄を行った例(比較例)を下記に示す。

(実施例)

実施例

装置仕様

- 1) 本体仕様：直径 1050mm 長さ 3000mm
- 2) 搅拌翼径：1040mm

- 3) 搅拌翼と本体内壁とのクリアランス：5mm
- 4) 搅拌室および搅拌翼数：4

- 5) モーター動力：17kW

運転条件

- 1) ポリマー処理量 637kg/hr

- 2) 洗浄水使用条件 4Ton/hr × 70°C

- 3) 搅拌翼回転数： 120rpm

この時、フィードしたポリマー中の触媒濃度はLi金属として150ppmであり、洗浄後のポリマー中の触媒濃度は2.5ppmと脱触媒の目的は十分達していた。また、本試験で必要であった洗浄時間は60分であったが、得られたセメント中の水分は0.9%であり、後工程の乾燥も効率的に実施できた。なお、洗浄の為使用した電力量は16kWhであった。

比較例

装置仕様

- 1) 本体仕様：直径：2.2m 内容積：15m³

- 2) 搅拌翼径：直径：2.0m

- 3) モーター動力：35kW

運転条件

- 1) ポリマー処理量 1Ton/バッチ
- 2) 洗浄水使用条件 3Ton/バッチ × 70°C
- 3) 搅拌翼回転数： 100rpm

この時、フィードしたポリマー中の触媒濃度はLi金属として145ppmであり回分式の為洗浄は3回実施した。一回の洗浄時間は1.5hrであった。洗浄後のポリマー中の触媒濃度は5.5ppmと脱触媒はやや不足していた。また、得られたセメント中の水分は1.5%であり、後工程の乾燥はかなり困難であった。なお、洗浄の為使用した電力量は95kWhであり、実施例に較べると電力消費量が大幅にアップした。

第2図および第3図は本発明において使用する搅拌翼6の形状の一例を示す。

搅拌翼6は複数の搅拌羽根12を搅拌翼本体6'の両側にそれぞれ有しており、搅拌羽根12は平板ターピン羽根や他のスクリュー羽根等も有効であるが、図示のように湾曲ターピン羽根が好適である。

また、攪拌翼本体6'にガス抜き孔13を設ければ、このガス抜き孔13を系内ガスが流通するので、特に攪拌室に複数の攪拌翼を設けたときに、攪拌室におけるポリマーセメントと洗浄温水の滞留時間を更に十分に確保することができる。

〔発明の効果〕

以上述べたように本発明によれば、攪拌室と静置分離室を交互に設け、攪拌室に攪拌翼を取付けると共に、攪拌室と静置分離室を邪魔板で仕切ったので、この攪拌翼の回転および静置分離槽でのポリマーと水の分離、洗浄排水の除去によってポリマー中の触媒の除去を連続的に、数ppm以下の低濃度まで行うことができる。

また、上記のように攪拌室と静置分離室は邪魔板のみによって仕切られているので、攪拌室で混合、形成されたポリマーセメントと洗浄温水との混合物の静置分離室への移動は、邪魔板4を越えて自動的に容易に行われる。

この結果、触媒の除去に適した攪拌室における攪拌混合が可能となり、電力消費量が少なく、

またポリマーと水とのエマルジョン形成を最小限とすることができます。また、操作性が良好で安定した運転と、運転管理の省力化が可能である。

更に本発明によれば、攪拌室に供給されたポリマーセメントと洗浄温水は攪拌翼で混合され、同時に強力な遠心力と剪断力を受けると共に、装置本体内壁と攪拌翼との間で生ずる強力な剪断力を受ける。

すなわち、供給されたポリマーセメントと洗浄温水は、最初に供給側の攪拌翼部分で攪拌された後に遠心力によって装置本体と攪拌翼との間の狭い間隔を通過して強力に攪拌され、更に攪拌翼の反対側で再び攪拌される。

従って、ポリマーセメントと洗浄温水の攪拌室内における滞留を十分に確保することができ、ポリマーと水との攪拌混合を効率良く実施することができる。

この結果、短い滞留時間と少ない消費電力で効率的に触媒を除去することができる。

また、ポリマーセメント層におけるエマルジョン形成を最小限に抑制することができ、次のポリマー乾燥工程における水分除去も容易である。

更にまた本発明の装置は、装置本体を邪魔板で攪拌室と静置分離室に仕切り、攪拌室に攪拌翼を、静置分離室に静置分離槽を設けただけなので従来の装置に比較して構造が簡単で製作材料、配管、ポンプなどの機材が少なくてすみ、大型化した場合の製作コストを低減することができる。

また、装置がコンパクトなので、設置面積が少なくてすむ。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の触媒除去装置の実施例を示す概要図、第2図は本発明の装置で使用する回転翼の一例を示す概要正面図、第3図はその側面図、第4図は従来の多段連続式触媒除去装置の概要図である。

1…装置本体、2、2A、2B…攪拌室、3、

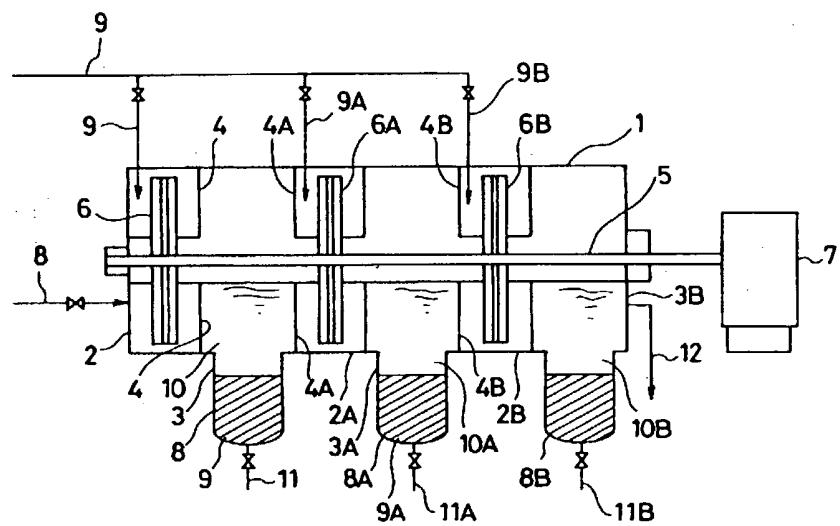
3A、3B…静置分離室、4、4A、4B…邪魔板、6、6A、6B…攪拌翼、8、8A、8B…静置分離槽。

代理人 弁理士 小川信一

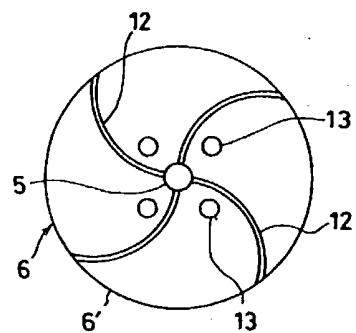
弁理士 野口賢照

弁理士 斎下和彦

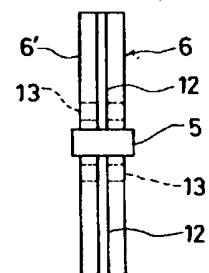
第 1 図



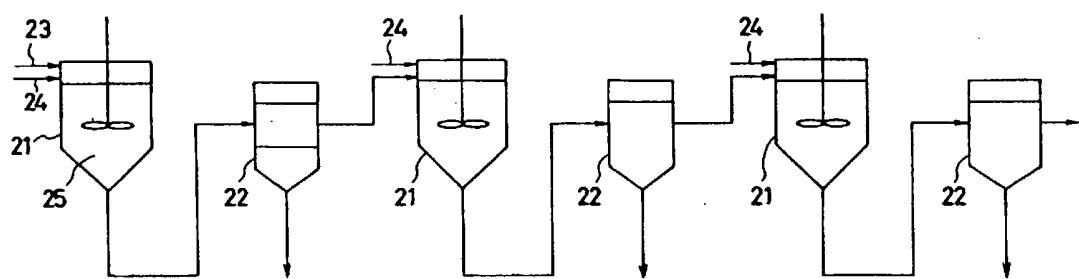
第 2 図



第 3 図



第 4 図



PAT-NO: JP404117406A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 04117406 A
TITLE: APPARATUS FOR REMOVING CATALYST FROM POLYMER

PUBN-DATE: April 17, 1992

INVENTOR- INFORMATION:

NAME	COUNTRY
ABE, KAZUO	
MORI, NORIO	
MATSUO, KAZUYOSHI	
HAMAGUCHI, AKIHARU	
KUSANO, MANABU	
SUKENOBU, NOBUO	

ASSIGNEE- INFORMATION:

NAME	COUNTRY
MITSUI ENG & SHIPBUILD CO LTD	N/A
KURARAY CO LTD	N/A

APPL-NO: JP02235739

APPL-DATE: September 7, 1990

INT-CL (IPC): C08F006/08

ABSTRACT:

PURPOSE: To provide an apparatus for removing a catalyst from a polymer at good efficiency and a small electric power consumption within a short residence time by confining the body of the apparatus with baffles, and thereby alternately forming an agitation chamber having an agitating element and a settlement and separation chamber having a settlement and separation tank.

CONSTITUTION: A polymer cement is sent from a polymerizer (not shown) through a pipe 8 to an agitation chamber 2 while not washing

water is sent through a pipe 9 to the chamber 2, and an agitating element 6 is rotated at a high speed. The mixture of the polymer cement with the hot washing water in the agitation chamber 2 is subjected to a strong shearing force by the element 6 and the metallic catalyst in the polymer is dissolved in the form a cation in the hot washing water and removed from the polymer. The mixture of the polymer cement with the hot washing water overflows a baffle 4, flows into a settlement and separation chamber 3 and is separated into a hot water layer 9 and a polymer cement layer 10. The hot water layer 9 is periodically discharged as a waste washing water from a discharge pipe 11. The polymer cement layer 10 part of which is emulsified in water overflows a baffle 4A and flows into an agitation chamber 2A, wherein it is subjected to the same operation as before. Finally, a polymer cement 10B having a catalyst concentration as low as several ppm is discharged from a discharge pipe 12.

COPYRIGHT: (C)1992,JPO&Japio